

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-142934

(43) 公開日 平成9年(1997)6月3日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 4 B 35/58	1 0 5		C 0 4 B 35/58	1 0 5 L
35/583			C 2 3 C 14/24	B
35/581			G 0 1 N 27/04	Z
C 2 3 C 14/24			C 0 4 B 35/58	1 0 3 G
G 0 1 N 27/04				1 0 4 N
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)				

(21) 出願番号 特願平7-311045

(22) 出願日 平成7年(1995)11月29日

(71) 出願人 000003296

電気化学工業株式会社

東京都千代田区有楽町1丁目4番1号

(72) 発明者 中川 信治

福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株
式会社大牟田工場内

(72) 発明者 吉野 信行

福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株
式会社大牟田工場内

(72) 発明者 中村 美幸

福岡県大牟田市新開町1 電気化学工業株
式会社大牟田工場内

(54) 【発明の名称】 セラミックス、その評価方法、用途及び製造方法

(57) 【要約】

【課題】 溶融アルミニウム等の溶融金属に対する
耐久性の大なるセラミックスを提供すること、長寿命の
金属蒸着用セラミックスヒーターを提供すること。

【解決手段】 T i B₂、A l N、B Nを含む相対密度
90%以上のセラミックスであって、それぞれの粒子の
偏析している大きさが15 μm以下であることを特徴と
するセラミックス、上記セラミックスで構成されてなる
ことを特徴とする金属蒸着用セラミックスヒーターな
ど。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 TiB_2 、 AlN 、 BN を含む相対密度 90%以上のセラミックスであって、それぞれの粒子の偏析している大きさが $15\mu m$ 以下であることを特徴とするセラミックス。

【請求項 2】 キャビティー底厚 Hmm のセラミックスヒーター内にキャビティー容積に対し V 体積%のアルミニウムを入れ、定電圧又は定電流の真空下で蒸着試験を繰り返し行って、アルミニウム蒸着回数 1 回当たりのアルミニウム蒸着完了時間 T 秒と抵抗増加率 $R\%$ を測定し、 $A = (T \cdot R) \times 100 / (H \cdot V)$ から耐久性指数 A 値を求め、その A 値によってセラミックスの耐久性を知ることとを特徴とするセラミックスの評価方法。

【請求項 3】 請求項 2 記載の評価方法で評価したとき、耐久性指数 A 値が 2.5 以下 (0 を含む) であることを特徴とする TiB_2 、 AlN 及び BN を含むセラミックス。

【請求項 4】 請求項 1 又は請求項 3 記載のセラミックスで構成されてなることを特徴とする金属蒸着用セラミックスヒーター。

【請求項 5】 TiB_2 粉末、 AlN 粉末及び BN 粉末を含む混合粉末原料であって各粉末の平均粒径が $5\mu m$ 以下であり、 TiB_2 の割合が 40~70 重量%、 AlN と BN が両者の合計で 60~30 重量%でしかも AlN/BN の重量比が 2/8~8/2 であり、 BN 粉末の酸素含有量が 0.5~4.0 重量%である原料を温度 1600℃以上で焼結することを特徴とするセラミックスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、耐久性の大なるセラミックス、その評価方法と製造方法及びこのセラミックスで構成された金属蒸着用セラミックスヒーターに関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、 Cr 、 BN などの高融点金属、 Au 、 Sb などの融点が 1000℃程度の金属、更に Al 、 Sn などの低融点金属の真空蒸着用セラミックスとしては、 TiB_2 、 ZrB_2 などの導電性材料と BN 、 AlN などの高熱伝導性材料とからなる複合セラミックスが使用されている。そして、融点が 1000℃以上である金属を真空蒸着する場合には、蒸着用セラミックス容器にこれらの金属を投入し電子線を照射する電子線蒸着方式が、またそれよりも低融点金属の蒸着には、蒸着用容器自体に電流を通して発熱させる抵抗加熱方式が一般的に採用されている。

【0003】 金属蒸着用セラミックスヒーターの使用に際しては、セラミックスヒーターの両端をクランプで電極につなぎ、適量の蒸着金属をセラミックスヒーターのキャビティー部に入れ、真空排気を行い、電力を加えて

加熱蒸着し、適当な冷却時間をおいてから大気解放し、被着体の交換、蒸着金属の供給を行うことが繰り返されている。

【0004】 このような繰り返しの使用によって、セラミックスヒーターが熱衝撃や大気解放時の酸化、更には蒸着金属による侵食を繰り返し受け、微小クラックの生成とその進展、セラミックスヒーターの劣化による電気抵抗の増加等の現象が起こり、セラミックスヒーターの温度低下や温度分布の変化による蒸着膜厚分布の悪化・折損等によって、その寿命となる。特に蒸着金属がセラミックスヒーターの構成成分を侵食するような場合、例えば TV ブラウン管等の製造で用いられているアルミニウム蒸着の場合、アルミニウム成分は BN を激しく侵食するため、その寿命は極端に短くなる。

【0005】 このようなセラミックスヒーターの寿命の評価方法として、従来、蒸着を繰り返し行った際のセラミックスヒーターに生じた亀裂の発生程度の目視観察から耐久性を判断する方法、真空蒸着機の所定位置に設置された基板に付着した蒸着膜の厚みを干渉計で測定し判断する方法、真空蒸着機中に膜厚計を設置し、膜厚を調べて一定膜厚以下になる蒸着回数を比較し判断する方法などがある。

【0006】 しかし、亀裂を目視観察する方法では亀裂の測定には定量性がなく、またセラミックスヒーター寿命との相関性も低い。干渉計で膜厚を調べる方法では、膜厚を調べるごとに真空を解放する必要があるので煩雑なうえに時間がかかる。膜厚計により膜厚を調べる方法は、蒸着装置内に大がかりな装置を設置する必要がある、また膜厚計に水晶振動子などを用いた場合、その摩耗が激しく、コスト的にも不利である。更には、上記膜厚を調べる二つの評価方法においては、蒸着条件によって膜厚が変化するため、セラミックスヒーターの寿命を正確に評価できないという欠点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、高耐久性で寿命の長い金属蒸着用セラミックスヒーターを製作することのできるセラミックス及びそのセラミックスで構成された金属蒸着用セラミックスヒーターを提供することである。本発明の他の目的は、上記従来のセラミックスの評価方法の欠点を解決し、セラミックス本来の特性の変化を測定し、信頼性の高い評価方法を提供することである。このような目的は、以下に説明する本発明によって達成することができる。

【0008】

【課題を解決するための手段】 すなわち、本発明は以下を要旨とするセラミックス、その評価方法、用途及び製造方法である。

【0009】 (請求項 1) TiB_2 、 AlN 、 BN を含む相対密度 90%以上のセラミックスであって、それぞれの粒子の偏析している大きさが $15\mu m$ 以下である

ことを特徴とするセラミックス。

【請求項 2】 キャビティー底厚 $H\text{mm}$ のセラミックスヒーター内にキャビティー容積に対し V 体積%のアルミニウムを入れ、定電圧又は定電流の真空下で蒸着試験を繰り返し行って、アルミニウム蒸着回数 1 回当たりのアルミニウム蒸着完了時間 T 秒と抵抗増加率 $R\%$ を測定し、 $A = (T \cdot R) \times 100 / (H \cdot V)$ から耐久性指数 A 値を求め、その A 値によってセラミックスの耐久性を知ること特徴とするセラミックスの評価方法。

【請求項 3】 請求項 2 記載の評価方法で評価したとき、耐久性指数 A 値が 2.5 以下 (0 を含む) であることを特徴とする TiB_2 、 AlN 及び BN を含むセラミックス。

【請求項 4】 請求項 1 又は請求項 3 記載のセラミックスで構成されてなることを特徴とする金属蒸着用セラミックスヒーター。

【請求項 5】 TiB_2 粉末、 AlN 粉末及び BN 粉末を含む混合粉末原料であって各粉末の平均粒径が $5\mu m$ 以下であり、 TiB_2 の割合が 40~70 重量%、 AlN と BN が両者の合計で 60~30 重量%でしかも AlN/BN の重量比が $2/8 \sim 8/2$ であり、 BN 粉末の酸素含有量が 0.5~4.0 重量%である原料を温度 $1600^\circ C$ 以上で焼結することを特徴とするセラミックスの製造方法。

【0010】

【発明の実施の形態】 以下、さらに詳しく本発明について説明する。

【0011】 本発明のセラミックスにおいて、 TiB_2 、 AlN 、 BN を含みその相対密度が 90% 以上であるという要件は従来と同じであるが、 TiB_2 、 AlN 、 BN のそれぞれの粒子の偏析している大きさが $15\mu m$ 以下好ましくは $12\mu m$ 以下であるという点が従来と異なっている。従来品例えば特公昭 53-20256 号公報で得られたセラミックスの TiB_2 、 AlN 、 BN の偏析の大きさは、それぞれ $20\mu m$ 、 $25\mu m$ 、 $35\mu m$ 程度であったものである。

【0012】 TiB_2 、 AlN 、 BN 各粒子の偏析の大きさは、セラミックス断面の SEM 像や COMPO (反射電子) 像を観察することによって求めることができる。具体的には、セラミックス断面を研磨し COMPO 像を観察すると、 TiB_2 は白色、 AlN は灰色、 BN は黒色にコントラストが付く。そこで 35 倍程度の COMPO 像から、白色、灰色、黒色の最も大きく偏析しているところをそれぞれ 500 倍程度に拡大し偏析の大きさを測定する。この時、偏析形状が円形であればその直径を、楕円形であれば長軸と短軸の平均を、角型であれば対角線の長い方と短い方の平均をそれぞれ各粒子の偏析の大きさとする。

【0013】 例えば、図 1 はセラミックス COMPO 像の模式図であり、A (TiB_2)、B (AlN)、C

(BN) はそれぞれの単一粒子又は多数の粒子の集合体を示したものであるが、各粒子の偏析の大きさは、それぞれ $(A1 + A2) / 2$ 、 $(B1 + B2) / 2$ 、 $(C1 + C2) / 2$ となる。

【0014】 本発明において、 TiB_2 、 AlN 、 BN 各粒子の偏析の大きさが $15\mu m$ をこえると、金属特にアルミニウムを蒸着した際に強い浸食を受けセラミックスにクラックが生じやすくなる。理想的には各成分の一次粒子の大きさが均一に分散していることである。

【0015】 本発明のセラミックスにおいて、 TiB_2 、 AlN 、 BN を構成成分としている理由は、 TiB_2 により導電性を、 AlN により熱伝導性を、そして BN により耐熱衝撃性を付与させるためである。 TiB_2 、 AlN 、 BN の割合は、 TiB_2 40~70 重量%、 AlN と BN が両者の合計で 60~30 重量%でしかも AlN/BN の重量比が $2/8 \sim 8/2$ であることが好ましい。また、本発明において、相対密度 90% 以上としたのは、相対密度が 90% 未満であると、セラミックスの開気孔の割合が増加して機械的強度が不足し、特にセラミックスヒーターの用途に供したときに蒸着金属が侵入しセラミックスヒーターの冷却時に体積変化を生じクラックが発生する。

【0016】 次に、本発明のセラミックスの評価方法について説明する。本発明の評価方法においては、先ず被評価体セラミックスからセラミックスヒーターを作製する。その作製方法については例えば特公平 6-66906 号公報に記載されている。本発明においては、セラミックスヒーターのキャビティー部の底厚 $H\text{mm}$ はいくらでも良いが 2mm 程度が好ましい。

【0017】 また、蒸着試験を行う真空度は 5×10^{-3} 以下であることが好ましく、これよりも小さいとヒーターの酸化が進み正確な評価が困難となる。蒸着はセラミックスヒーターに定電圧又は定電流を印加する抵抗加熱によって行われる。

【0018】 キャビティーに入れられる 1 回のアルミニウム量 (キャビティー容積に対する Al 投入量: V 体積%) はいくらでも良いが、キャビティー容積の 1~80% 特に 4~30% とすることが好ましい。1% 未満ではセラミックスヒーターの抵抗増加が小さいので抵抗増加率を正確に求めるためには試験回数を多くする必要がある評価に時間がかかる。また、80% をこえると溶融したアルミニウムがキャビティー外側に溢れでる。ここで選定された 1 回のアルミニウム投入量は、試験が終わるまで変更されない。

【0019】 アルミニウム蒸着は、定電圧駆動法又は定電流駆動法のいずれかで行われる。その際の電圧と電流には特に制限はないが、セラミックスヒーターがアルミニウム蒸着によって劣化されていない抵抗値すなわち初期抵抗値において、アルミニウムの蒸着開始から完了するまでの時間 (T 秒) が 5~60 秒特に好ましくは 10

～30秒で完了するような電圧（定電圧駆動法の場合）又は電流（定電流駆動法の場合）を選定することが好ましい。ここで選定された電圧又は電流は試験が終わるまで変更されない。

【0020】ここで、アルミニウムの蒸着開始と完了の時間は、定電圧駆動法の場合は時間に対する電流値の変化を、定電流駆動法の場合は時間に対する電圧値の変化を読み取ることによって判断することができる。例えば、定電圧駆動法の場合、セラミックスヒータのキャビティ内にアルミニウムを投入し電圧を印加すると電流値はセラミックスヒータの温度上昇とともに低下する。そして、アルミニウムが溶融しキャビティ内に濡れ広がると、電流がその濡れ部にも流れるため急激に電流値が増加する。この電流値の立ち上がった時間を蒸着開始時間とする。次いで、立ち上がった電流値は、一度最大値を示した後アルミニウムの蒸着とともに徐々に低下しやがて一定値となる。この一定の電流値を示したときの時間を蒸着完了時間とする。定電流駆動法では、電圧値がこれと全く逆の挙動を示すので同様にしてアルミニウムの蒸着開始と完了の時間を判断することができる。

【0021】本発明において、アルミニウムの蒸着開始から5秒未満で蒸着が完了するような電圧又は電流で試

$$R = (R_n - R_0) \times 100 / (R_0 \cdot N) \quad \dots \dots (1)$$

R_n : アルミニウム蒸着回数N回後のセラミックスヒータの抵抗値

R_0 : セラミックスヒータの初期抵抗値

N : アルミニウム蒸着回数

【0024】上記で測定されたセラミックスヒータのキャビティ一部の底厚 H mm、アルミニウム投入量 V 体積%、アルミニウム蒸着開始から完了するまでの時間 T 秒、アルミニウム蒸着1回当たりの抵抗増加率 $R\%$ から、 $A = (T \cdot R) \times 100 / (H \cdot V)$ により耐久性指数 A 値を算出する。この A 値はセラミックスの耐久性と相関があり、 A 値が2.5以下のセラミックスで構成されたセラミックスヒータによればアルミニウム蒸着回数500回以上となる。また、抵抗増加率は通常0又は正の値であり、抵抗増加率が負になるということはキャビティ内にアルミニウムが残っている場合である。従って、 A 値が負となる場合はセラミックスの寿命が短い。

【0025】本発明の評価方法において、アルミニウムを蒸着金属として選択した理由は、アルミニウムが一般的な蒸着金属であること、及び通常この種のセラミックスはアルミニウムによって浸食を受けやすいBNを構成成分としていることによるものである。

【0026】本発明のセラミックスは、上記セラミックスの評価方法による耐久性指数 A 値が2.5以下（0を含む）であり、 TiB_2 、 AlN 及び BN を成分として含むものである。このようなセラミックスは、溶融アル

試験を行ったのでは、セラミックスヒータの抵抗増加が著しく大きくなり適切ではない。また、蒸着開始から60秒をこえて蒸着が完了するような電圧又は電流では、逆にセラミックスヒータの抵抗増加が小さくなり抵抗増加率を正確に求めるための試験回数が多くなる。なお、本発明においては、試験促進のため、蒸着に先だって蒸着に必要な電力よりも低い電力でセラミックスヒータとアルミニウムを予備加熱しておくこともできる。

【0022】本発明の評価方法においては、セラミックスヒータの抵抗値を測定できる装置、例えば抵抗測定器、電圧計、電流計などが必要である。セラミックスヒータの抵抗は、アルミニウムの蒸着が完了した段階で抵抗測定器を用いて行うか又は定電圧駆動法においては電流を、また定電流駆動法においては電圧を測定することによって行うことができる。抵抗測定は、アルミニウム蒸着回数1回ごとに行っても良く、数回行った後に行っても良い。重要なことは、抵抗測定は数点で行い、それらの平均からアルミニウム蒸着回数1回当たりの抵抗増加率 $R\%$ を求めることである。 $R\%$ は一般に（1）式より求められるが、数点の測定値より回帰式などを用いて求めることが望ましい。

【0023】

ミニウム等の溶融金属に対する耐久性が大であるという利点がある。

【0027】本発明の金属蒸着用セラミックスヒータは、上記したセラミックスすなわち TiB_2 、 AlN 、 BN を含む相対密度90%以上のセラミックスであって、それぞれの粒子の偏析している大きさが $1.5 \mu m$ 以下であるセラミックスで構成されたものであるか、又は上記したセラミックスの評価方法で測定された耐久性指数 A 値が2.5以下（0を含む）のセラミックスで構成されたものである。本発明のセラミックスヒータによればアルミニウム蒸着回数500回以上を達成することができ、これは従来の200～300回程度に比べて極めて長寿命である。

【0028】本発明の金属蒸着用セラミックスヒータは、セラミックスを所定の形状に機械加工し、蒸着金属投入用のキャビティ等を形成することによって製作することができる。

【0029】次に、本発明のセラミックスの製造方法について説明する。

【0030】原料粉末としては、 TiB_2 粉末、 AlN 粉末及び BN 粉末を含む混合粉末であって各粉末の平均粒径が $5 \mu m$ 以下であり、 TiB_2 の割合が40～70重量%、 AlN と BN が両者の合計で60～30重量%でしかも AlN/BN の重量比が2/8～8/2であり、 BN 粉末の酸素含有量が0.5～4.0重量%であるものを使用する。

【0031】各粉末の平均粒径は、マイクロトラックで測定された累積粒径分布が50%となる粒子径である。各粉末の平均粒径が5 μ mをこえると、得られたセラミックスのTiB₂粒子、AlN粒子及びBN粒子の偏析大きさが大きくなり、特に侵食性の強い金属を蒸着した際などに、セラミックスヒーターに大きなクラックが生じやすく耐久性が低下する。各粉末の平均粒径は小さいほど好ましいが、一般に市販されている各粉末の平均粒径は、TiB₂が1~20 μ m、AlNが1~20 μ m、BNが1~30 μ m程度であり、それ以下の粒子を用いる場合は粉碎を行う必要がある。しかし、粉碎を行うと必然的に不純物の混入や酸化などによる劣化が生じるため、現状レベルにおける各粉末の平均粒径は0.5 μ m程度が限度である。

【0032】原料粉末のTiB₂の割合は、セラミックスヒーターの所望する電気抵抗に応じて40~70重量%とする。残部の60~30重量%をAlNとBNを主体とする。AlNとBNの割合は、AlN/BN重量比で2/8~8/2好ましくは3/7~7/3である。AlN/BN重量比が2/8より小さいとセラミックスのBN量が多くなり過ぎて相対密度が低下し、またBNを侵食するような金属例えばアルミニウムを蒸着する際にセラミックスヒーターの劣化が激しく短寿命となる。しかも、AlNの割合が相対的に少なくなるためセラミックスヒーターの熱伝導性が低下し、蒸着膜厚分布が低下する。一方、AlN/BN重量比が8/2をこえると、BNの量が少なくなりセラミックスヒーターの耐熱衝撃性が低下して短寿命となったり、機械的強度が大きくなって加工性が低下する。

【0033】原料粉末のBN粉末は、その酸素含有量が0.5~4.0重量%好ましくは1.0~3.0重量%である。BN粉末の酸素含有量が0.5重量%未満ではセラミックスの機械的強度が小さくなり、また4.0重量%をこえると機械的強度が大きくなり過ぎて加工性が低下する。

【0034】各原料の混合方法としては、リボンブレンダーやヘンシェルミキサーなどの一般的な装置を用いて行うことができるが、原料が二次凝集などしている場合には、ボールミルや振動ミルなどの粉碎混合を用いることが好ましい。更には、混合した原料粉末を転動造粒機やロール式の造粒機を用いて造粒し焼結に供しても良く、またスプレードライヤーなどで乾燥、造粒を同時に行ってから焼結に供しても良い。

【0035】原料粉末の焼結は、常温で予備成形を行った後、常圧焼結又はホットプレスしても良く、予備成形を行わずに直接ダイス中に原料粉末を充填し、ホットプレス法などで焼結することもできる。焼結温度については、1600℃以上好ましくは1700~2000℃である。1600℃未満では焼結が十分に行われず、相対密度、機械的強度が小さくなる。焼結温度の上限につい

ては、ホットプレスの場合、2100℃をこえると焼結時にセラミックスと型とが焼き付けを起こす恐れがあるのでそれよりも低いほうが望ましい。

【0036】

【実施例】以下、実施例と比較例により、さらに具体的に本発明を説明する。

【0037】実施例1~7 比較例1~7

表1に示すTiB₂、AlN及びBNの各粉末を表2に示す割合でボールミルで5時間混合し、表2に示すホットプレス条件でセラミックスを製造した。

【0038】得られたセラミックスから、6×4×110mmの棒状サンプルを複数本ずつ加工し、その寸法と重量を正確に測定して密度を求め、各材質の理論密度及び配合比から算出された理論密度からセラミックスの相対密度を測定した。また、棒状サンプルの断面を研磨し、COMPO像観察よりTiB₂、AlN、BN成分の偏析の大きさを求めた。それらの結果を表2に示した。

【0039】別の棒状サンプル中央に4×2×60mmの大きさの蒸着金属投入用キャビティーを加工し、金属蒸着用セラミックスヒーターを製作した。このセラミックスヒーターを真空装置系内に入れ、アルミニウムの蒸着試験を行った。まず、セラミックスヒーターの端部を電極に接続し、その後系内を真空度2×10⁻⁴torrの真空にした。この状態において、セラミックスヒーターにアルミニウム線を1回あたり120mg投入し、定電圧駆動法によりアルミニウム蒸着終了までの時間が23秒となるように各セラミックスヒーター毎に電圧を設定した。このセラミックスヒーターを用いてアルミニウム蒸着試験を200回繰り返して行い、そのときの抵抗増加率を測定し、耐久性指数A値を算出した。それらの結果を表2に示した。なお、比較例4と6のセラミックスは機械的強度が大きく高く、加工することができなかった。

【0040】

【表1】

【表 2】

	粉種	平均粒径 (μm)	酸素含有量 (重量%)
TiB ₂	T1	3.5	—
	T2	10.5	—
AlN	A1	2.6	—
	A2	8.8	—
BN	B1	3.3	2.0
	B2	15.1	0.1
	B3	2.4	4.5

【0041】

	原料粉末					焼結条件		セラミックス				耐久性 指数 A 値
	TiB ₂ 粉種	割合 wt%	AlN 粉種	BN 粉種	AlN/BN 重量比	温度 ℃	圧力 MPa	相対 密度 %	偏析の大きさ μm			
									TiB ₂	AlN	BN	
実施例 1	T 1	4.5	A 1	B 1	5 / 5	1850	17	92	< 5	< 7	< 6	1.6
実施例 2	T 1	5.5	A 1	B 1	5 / 5	1850	17	93	< 6	< 6	< 6	1.5
実施例 3	T 1	6.5	A 1	B 1	5 / 5	1850	17	95	< 7	< 6	< 5	2.1
実施例 4	T 1	5.5	A 1	B 1	3 / 7	1850	17	91	< 6	< 5	< 8	1.8
実施例 5	T 1	5.5	A 1	B 1	7 / 3	1850	17	95	< 6	< 7	< 6	1.0
実施例 6	T 1	5.5	A 1	B 1	5 / 5	1750	22	92	< 6	< 6	< 6	1.7
実施例 7	T 1	5.5	A 1	B 1	5 / 5	1850	17	96	< 7	< 7	< 8	1.6
比較例 1	T 2	5.5	A 1	B 1	5 / 5	1850	17	95	< 22	< 7	< 7	3.0
比較例 2	T 1	5.5	A 2	B 1	5 / 5	1850	17	94	< 6	< 17	< 7	3.2
比較例 3	T 1	5.5	A 1	B 2	5 / 5	1850	17	92	< 6	< 7	< 32	4.0
比較例 4	T 1	5.5	A 1	B 3	5 / 5	1850	17	—	< 7	< 7	< 12	—
比較例 5	T 1	5.5	A 1	B 1	1 / 9	1850	17	85	< 7	< 5	< 15	3.6
比較例 6	T 1	5.5	A 1	B 1	9 / 1	1850	17	—	< 7	< 7	< 5	—
比較例 7	T 1	5.5	A 1	B 1	5 / 5	1500	22	86	< 7	< 7	< 6	3.3

【0042】実施例 8

実施例 2 で製作した金属蒸着用セラミックスヒーターを用い、アルミニウム蒸着時間を 15 秒、蒸着回数を 100 回としたこと以外は、実施例 2 と同様にして試験を行い耐久性指数 A 値を求めた。その結果を表 3 に示した。

【0043】更に、実施例 2 で製作した金属蒸着用セラミックスヒーターを用い、1 回のアルミニウム蒸着量を 120mg、蒸着時間 20 秒として繰り返し蒸着試験を

行い、アルミニウム蒸着膜厚が初期値の 70% 以下になった回数を寿命回数として、その回数を測定した。その結果を表 3 に示した。

【0044】比較例 8～10

市販されている TiB₂、AlN 及び BN を主成分とする金属蒸着用セラミックスヒーターについて、実施例 8 と同様なアルミニウム蒸着試験を行った。それらの結果を表 3 に示した。

【0045】

【表 3】

	セラミック スヒーター	耐久性指数 A 値	蒸着回数
実施例 8	実施例 2	1. 7	> 6 0 0
比較例 8	市販品 A	4. 7	2 5 0
比較例 9	市販品 B	3. 9	3 0 0
比較例 1 0	市販品 C	3. 3	4 0 0

【0046】

【発明の効果】本発明のセラミックスによれば、溶融アルミニウム等の溶融金属に対する耐久性の大なるセラミックスが提供される。本発明のセラミックスの用途としては、電子線蒸着用の金属蒸発用容器、抵抗加熱型の金属蒸着用ヒーター、金属融解用ルツボ等がある。

【0047】本発明の金属蒸着用セラミックスヒーターによれば、その使用寿命を著しく延ばすことができる。

【0048】また、本発明のセラミックスの評価方法によれば、その精度が高まり高信頼性のある評価方法とな

る。

【図面の簡単な説明】

【図 1】TiB₂、AlN、BN各粒子の偏析の大きさの測定法を説明するための、セラミックスCOMPO像の模式図である。

【符号の説明】

- A TiB₂ 粒子
- B AlN 粒子
- C BN 粒子

【図 1】

